

**MODIFIKASI MAGNETIK PADA PERMUKAAN *GRAPHENE OXIDE*
DARI LIMBAH KULIT SINGKONG (*Manihot utilissima.*) UNTUK
EKSTRAKSI SENYAWA ANTIBIOTIK TETRASIKLIN**

(Skripsi)

Oleh

**POLADO XANANA
NPM 1817011047**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2022**

ABSTRAK

MODIFIKASI MAGNETIK PADA PERMUKAAN *GRAPHENE OXIDE* DARI LIMBAH KULIT SINGKONG (*Manihot utilissima*.) UNTUK EKSTRAKSI SENYAWA ANTIBIOTIK TETRASIKLIN

Oleh

POLADO XANANA

Banyaknya penggunaan antibiotik tetrasiklin berpotensi meningkatkan residu antibiotik di lingkungan. Residu antibiotik yang mengkontaminasi air tanah mempunyai resiko menyebabkan toksisitas langsung pada manusia, mengganggu kesetimbangan ekosistem mikroba dan terjadinya resistensi mikroba terhadap antibiotik tetrasiklin khususnya di lingkungan perairan. Penentuan residu antibiotik termasuk hal yang rumit karena konsentrasi analit yang rendah, maka diperlukan teknik preparasi yang tepat. Teknik *dispersive solid phase extraction* (DSPE) termasuk teknik preparasi, menggunakan adsorben *graphene oxide* magnetik dari kulit singkong, unsur karbon yang terkandung pada kulit singkong sekitar 59,31%. Pembuatan *graphene oxide* magnetik dilakukan dengan cara pencucian, pengeringan, pirolisis, dan penambahan larutan magnetik. Karakterisasi *graphene oxide* dilakukan menggunakan instrumen FTIR untuk menentukan gugus fungsi, XRD untuk menentukan tingkat kristalinitas, dan SEM-EDX untuk melihat morfologi permukaan dan komposisi unsur. Uji adsorpsi antibiotik tetrasiklin menggunakan *graphene oxide* magnetik dilakukan dengan lima variasi, yaitu variasi massa adsorben, konsentrasi adsorbat, pH adsorbat, waktu kontak dan pelarut desorpsi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum dari semua parameter yang digunakan yaitu massa adsorben sebanyak 5 mg, konsentrasi 5 ppm, pH 11, waktu selama 90 menit dengan tingkat adsorpsi sebanyak 48,09% dan pelarut desorpsi menggunakan metanol sebesar 60,14%.

Kata kunci: Antibiotik tetrasiklin, DSPE, Kulit Singkong, *Graphene Oxide* Magnetik

ABSTRACT

MAGNETIC MODIFICATIONS ON SURFACE GRAPHENE OXIDE FROM WASTE CASSAVA PEEL (*Manihot utilissima*.) FOR EXTRACTION OF TETRACYCLINE ANTIBIOTIC COMPOUNDS

By

POLADO XANANA

The large use of tetracycline antibiotics has the potential to increase antibiotic residues in the environment. Antibiotic residues that contaminate groundwater have the risk of causing direct toxicity in humans, disrupting the equilibrium of microbial ecosystem and the occurrence of microbial resistance to tetracycline antibiotics, especially in the aquatic environment. Determination of antibiotic residues is a complicated thing because of the low concentration of analytes, therefore proper preparation techniques are needed. The *dispersive solid phase extraction* (DSPE) technique include a preparation technique, using magnetic *graphene oxide* adsorbent from cassava peel, the carbon element contained in cassava peel is about 59.31%. The manufacture of magnetic *graphene oxide* is carried out by washing, drying, pyrolysis, and the addition of a solution of magnetik. Characterization of *graphene oxide* was performed using the FTIR instrument to determine the functional group, XRD to determine the degree of crystallinity, and SEM-EDX to see the surface morphology and elemental composition. The adsorption test of tetracycline antibiotics using magnetic *graphene oxide* was carried out with five variations, namely variations in adsorbent mass, adsorbent concentrationat, pH adsorbate, contact time and desorption solvent. The results showed that the optimum conditions of all parameters used were the adsorbent mass of 5 mg, concentration of 5 ppm, pH 11, time for 90 minutes with an adsorption rate of 48.09% and desorption solvent using methanol of 60.14%

Keywords: Tetracycline antibiotics, DSPE, Cassava peel, Magnetic Graphene Oxide

**MODIFIKASI MAGNETIK PADA PERMUKAAN *GRAPHENE OXIDE*
DARI LIMBAH KULIT SINGKONG (*Manihot utilissima.*) UNTUK
EKSTRAKSI SENYAWA ANTIBIOTIK TETRASIKLIN**

Oleh

POLADO XANANA

Skripsi

**Sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar
SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2022**

Judul Skripsi : **Modifikasi Magnetik pada Permukaan
Graphene Oxide dari Limbah Kulit Singkong
(Manihot utilissima.) untuk Ekstraksi
Senyawa Antibiotik Tetrasiklin**

Nama Mahasiswa : **Polado Xanana**

Nomor Pokok Mahasiswa : 1817011047

Program Studi : **Kimia**

Fakultas : **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



1. KOMISI PEMBIMBING

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II

Rinawati, Ph.D.
NIP 197104142000032001

Dr. Agung Abadi Kiswandono, M.Sc.
NIP 197007052005011003

2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung

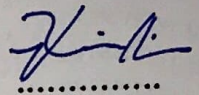
Mulyono, Ph.D.
NIP 19744061120003100

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

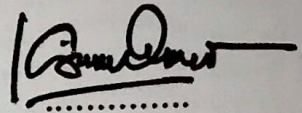
Ketua

: **Rinawati, S.Si., M.Si., Ph.D.**


.....

Sekretaris

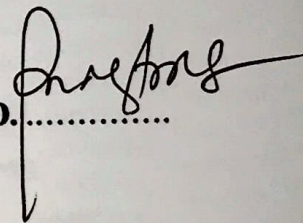
: **Dr. Agung Abadi Kiswandono, M.Sc.**


.....

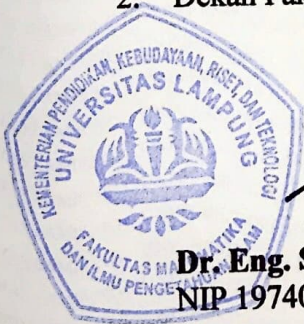
Penguji

Bukan Pembimbing

: **Prof. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc., Ph.D.**.....



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M.T.
NIP 19740705 200003 1 001

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **5 Agustus 2022**

SURAT PERNYATAAN

Yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Polado Xanana
Nomor Pokok Mahasiswa : 1817011047
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul “**Modifikasi Magnetik pada Permukaan *Graphene Oxide* dari Limbah Kulit Singkong (*Manihot utilissima*.) untuk Ekstraksi Senyawa Antibiotik Tetrasiklin**” adalah benar karya sendiri, baik gagasan, hasil, dan analisisnya. Saya tidak keberatan jika data dalam skripsi ini digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi sesuai dengan kesepakatan sebelum dilakukan publikasi.

Bandar Lampung, 29 Juli 2022
Yang Menyatakan



Polado Xanana
NPM. 1817011047

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Polado Xanana, lahir di Bekasi, pada 10 Oktober 1999 dan merupakan anak kedua dari tiga bersaudara, putra dari Bapak Herrifendi Sitohang dan Ibu Suhartatik. Saat ini penulis bertempat tinggal di Taman Tridaya Indah III Blok L.11/3 Rt.003/Rw.015 Kecamatan Cibitung, Kabupaten Bekasi, Provinsi Jawa Barat.

Penulis memulai pendidikan di Taman Kanak-Kanak (TK) Eka Buana 02, Tambun Selatan, Bekasi pada tahun 2005 dan lulus pada Tahun 2006. Kemudian penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Dasar (SD) Negeri Sumberjaya 04 pada tahun 2006. Pada tahun 2012 penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Menengah Pertama (SMP) Negeri 1 Tambun Selatan dan lulus pada tahun 2015. Kemudian penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Menengah Atas (SMA) Negeri 1 Tambun Selatan dan selesai pada tahun 2018. Pada tahun 2018 penulis terdaftar sebagai Mahasiswa Universitas Lampung, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) melalui jalur Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN).

Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif berorganisasi mulai sebagai kader muda dan anggota inti Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) periode 2019 dan 2020. Pada tahun 2019 dan 2020 penulis aktif di HIMAKI sebagai anggota bidang Sosial dan Masyarakat (SOSMAS). Penulis pernah mengikuti kegiatan sosial seperti Karya Wisata Ilmiah (KWI) BEM-FMIPA Unila di Desa Tanjung Tirto Kecamatan Way Bungur dan Desa Tambah Dadi Kecamatan Purbolinggo

Kabupaten Lampung Timur pada tahun 2018 dan 2019. Penulis juga pernah mengikuti kegiatan Kunjungan Industri di PT Asia Health Energi Beverages, PT Yakult Indonesia Persada, dan PT Amerta Indah Otsuka Kabupaten Sukabumi Provinsi Jawa Barat.

Pada Bulan Juli sampai September 2021, penulis melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Perusahaan Daerah Air Minum (PDAM) Way Rilau Bandar Lampung. Penulis juga melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Desa Rajabasa Raya, Kecamatan Rajabasa, Kota Bandar Lampung pada bulan Februari sampai Maret 2021 selama 40 hari, serta menyelesaikan penelitian yang dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik FMIPA Universitas Lampung yang diberi Judul “Modifikasi Magnetik pada Permukaan *Graphene Oxide* dari Limbah Kulit Singkong (*Manihot utilissima*) untuk Ekstraksi Senyawa Antibiotik Tetrasiklin”.

MOTTO

“Tetapi carilah dahulu Kerajaan Allah dan Kebenarannya, maka semuanya itu akan ditambahkan kepadamu.” (Matius 6 : 33)

*“Mintalah, maka akan diberikan kepadamu; carilah, maka kamu akan mendapat; ketoklah, maka pintu akan dibukakan bagimu. Karena setiap orang yang meminta, menerima dan setiap orang yang mencari, mendapat dan setiap orang yang mengetok, baginya pintu dibukakan.”
(Matius 7 : 7-8)*

“Serahkanlah segala kekuatiranmu kepada-Nya, sebab Ia yang memelihara kamu.” (1 Petrus 5 : 7)

“Kesempatan tidak datang dua kali, tetapi kesempatan datang kepada mereka yang tidak pernah berhenti mencoba.” (Dzawin Nur)

*“Dalam hidup ini saya memiliki mental seperti orang yang bermain sepeda, bila saya tidak mengayuh sepeda maka saya akan jatuh, jika saya berhenti bekerja maka saya mati.”
(B. J. Habibie)*

“Kalau kau menungguku untuk menyerah, maka kau akan menunggu sampai aku mati.” (U.N.)

Puji syukur kepada Tuhan Yesus Kristus atas kasih karunia-Nya, sehingga terciptalah sebuah karya ini yang kupersembahkan sebagai wujud dan tanggung jawabku kepada :

Bapak Herrifendi Sitohang dan Ibu Suhartatik, yang selalu memberikan cinta, kasih sayang, dukungan, do'a, dan motivasi selama ini.

Abangku Current Boy Sitohang dan Adekku Sotarduga Marselino Sitohang yang selalu menjadi penyemangatku.

Pembimbing penelitianku, Rinawati, Ph.D. dan Dr. Agung Abadi Kiswandono, M.Sc. yang selalu sabar dalam membimbingku

Seluruh rekan-rekan keluarga besar kimia 2018 yang selalu berbagi kebahagiaan

Almamaterku yang kebanggaan, Universitas Lampung.

SANWACANA

Segala puji syukur kepada Tuhan Yesus Kristus yang telah melimpahkan kasih dan karunia Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Modifikasi Magnetik pada permukaan *Graphene Oxide* dari Limbah Kulit Singkong (*Manihot Utilissima*) untuk Ekstraksi Senyawa Antibiotik Tetrasiklin”**.

Penulis menyadari bahwa dalam proses pengerjaan dan penulisan skripsi ini terdapat kesulitan dan rintangan yang penulis hadapi. Namun semuanya bisa terlewati berkat kasih karunia Tuhan Yesus Kristus serta bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, sehingga dalam kesempatan ini penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada :

1. Ibu Rinawati, Ph.D., selaku pembimbing satu dan kepala laboratorium kimia analitik yang telah membimbing, mengayomi, memberi masukan, saran dan semangat sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
2. Bapak Dr. Agung Abadi Kiswandono, M.Sc., selaku pembimbing dua yang telah membimbing, memberikan ilmu, motivasi dan semangat kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
3. Bapak Prof. Rudy Tahan Mangapul Situmeang, M.Sc., Ph.D., selaku penguji dan pembahas yang telah memberikan kritik, saran, dan arahan kepada penulis, sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.

4. Bapak Syaiful Bahri, S.Si., M.Si., selaku dosen pembimbing akademik yang memberikan semangat dan arahan kepada penulis, sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.
5. Bapak Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M.T., selaku Dekan Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
6. Bapak Mulyono, Ph.D., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung yang telah memberikan bimbingan dan motivasi kepada penulis selama menjalani proses perkuliahan maupun proses pengerjaan skripsi.
7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia yang telah memberikan ilmu pengetahuan yang sangat bermanfaat kepada penulis selama menjadi mahasiswa jurusan kimia.
8. Kedua orang tua yang sangat penulis cintai. Terimakasih kepada Daddy Herrifendi Sitohang dan Mama Suhartatik atas segala kerja keras dan pengorbanan yang telah diberikan. Terima kasih juga untuk segala cinta, kasih sayang, perhatian, dukungan, motivasi, dan do'a yang selalu Daddy dan Mama berikan, hingga Aldo bisa menyelesaikan studi dan menjadi seorang sarjana kimia
9. Bang Boy dan Ka Selfi, selaku abang dan kaka penulis atas motivasi, do'a, dukungan dan arahnya, begitu juga untuk segala cinta dan kasih sayangnya.
10. Adik penulis, Sotarduga Marselino yang telah memberikan dukungan semangat, do'a dan kasih sayangnya.
11. Keluarga besar penulis yang selalu memberikan dukungan dan do'a kepada penulis.
12. Teman seperjuangan penelitian *graphene oxide* Savira Olga Kistianti, terimakasih atas kehadirannya disaat susah maupun senang, atas segala bantuannya, kerjasamanya yang baik, saran, kritik, motivasi untuk tetap semangat ngelab sehingga penulis dapat menyelesaikan perkuliahan dan menjadi seorang sarjana kimia.
13. Teman seperbimbingan Yanesta Oxvyena dan Sania Mirelda Sari, terimakasih sudah saling membantu, atas saran dan semangat, kerjasama yang bagus teman.

14. *Research* analis *graphene oxide* kak Indah dan kak Ayum, terimakasih atas ilmu dan waktunya sehingga saya bisa lebih memahami dalam sintesis GO dan mengolah data.
15. Kakak tingkat seperbimbingan kak Shelly, terimakasih atas bantuan dan ilmu yang bermanfaat serta motivasi selama penelitian.
16. Laki Laki Chem 18, terimakasih atas pertemanan, hiburan, tempat bercerita dan keabsurdan yang terjadi, terimakasih atas semuanya, kalian semua luar biasa.
17. Keluarga besar Kimia 2018, terimakasih atas segala pertemanan dan kekeluargaannya selama ini. Semoga kita semua bisa menjadi orang yang sukses di masa depan serta berguna bagi keluarga, nusa, dan bangsa, amin.
18. Culle, terimakasih banyak atas ilmu baik dan buruknya yang selalu menjadi tawa dan semangat bagi penulis.
19. Terima kasih kepada Mba Yuni selaku penjaga gedung jurusan kimia yang membantu saya untuk menyelesaikan berita acara tugas akhir dan mengatur ruangan seminar, serta memberikan makanan, semoga mba sehat selalu, panjang umur dan dilapangkan rezekinya, amin.

Semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan skripsi ini yang tidak dapat disebutkan satu per satu, terima kasih. Semoga kasih karunia Tuhan Yesus menyertai kita semua. Penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis dan pembaca terkhusus para peneliti dibidang *graphene oxide*.

Bandar Lampung, 29 Juli 2022
Penulis

Polado Xanana

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR ISI	i
DAFTAR TABEL	iii
DAFTAR GAMBAR	v
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan Penelitian	4
1.3 Manfaat Penelitian.....	4
II. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Antibiotik Tetrasiklin	5
2.2 <i>Dispersive Solid Phase Extraction</i> (dSPE)	6
2.3 Adsorpsi	7
2.4 <i>Graphene Oxide</i>	8
2.5 <i>Graphene Oxide</i> Magnetik.....	9
2.6 Kulit Singkong	11
2.7 Karakterisasi.....	13
2.7.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	13
2.7.2 <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	14
2.7.3 <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM-EDX).....	16
2.8 Spektrofotometri UV-Vis.....	18

III. METODE PELAKSANAAN.....	21
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan	21
3.2 Alat dan Bahan	21
3.3 Prosedur Kerja.....	22
3.3.1 Persiapan <i>Graphene Oxide</i>	22
3.3.2 Sintesis <i>Graphene Oxide</i> Magnetik	22
3.3.3 Karakterisasi	23
3.3.4 Pembuatan Larutan Induk Tetrasiklin	23
3.3.5 Optimasi Parameter Adsorpsi Antibiotik Tetrasiklin	23
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	26
4.1 Pembuatan <i>Graphene Oxide Magnetik</i> dari Limbah Kulit Singkong ..	26
4.2 Karakterisasi <i>Graphene Oxide Magnetik</i>	27
4.3 Optimasi Parameter Adsorpsi Antibiotik Tetrasiklin.....	32
4.3.1 Penentuan Massa Optimum	32
4.3.2 Penentuan Konsentrasi Optimum	33
4.3.3 Penentuan pH Optimum	34
4.3.4 Penentuan Waktu Optimum.....	36
4.3.5 Penentuan Pelarut Desorpsi Optimum.....	37
V. KESIMPULAN DAN SARAN	39
5.1 Kesimpulan	39
5.2 Saran.....	39
DAFTAR PUSTAKA.....	40
LAMPIRAN	48
1.1 Perhitungan Penentuan Massa Optimum Adsorben.....	49
1.2 Perhitungan Penentuan Konsentrasi Optimum Adsorbat.....	54
1.3 Perhitungan Penentuan pH Optimum Adsorbat.....	59
1.4 Perhitungan Penentuan Waktu Kontak Optimum	65
1.5 Perhitungan Penentuan Pelarut Desorpsi Optimum.....	70

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Persentase unsur kimia dalam kulit singkong	12
2. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan massa optimum adsorben.	32
3. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan konsentrasi optimum adsorbat.....	34
4. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan pH optimum adsorbat.	35
5. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan waktu kontak optimum.....	36
6. Data rata-rata uji desorpsi penentuan pelarut optimum.	38
7. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan massa optimum adsorben.	49
8. Data uji adsorpsi I penentuan massa optimum.....	50
9. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan massa optimum adsorben.	52
10. Data uji adsorpsi II penentuan massa optimum.	53
11. Data uji adsorpsi rata- rata penentuan massa optimum.	54
12. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan konsentrasi optimum adsorbat.	54
13. Data uji adsorpsi I penentuan konsentrasi optimum.	55
14. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan konsentrasi optimum adsorbat.	57
15. Data uji adsorpsi II penentuan konsentrasi optimum.....	58
16. Data uji adsorpsi rata-rata penentuan konsentrasi optimum.	59
17. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan pH optimum adsorbat.....	60
18. Data uji adsorpsi I penentuan pH optimum.	61
19. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan pH adsorbat.....	62
20. Data uji adsorpsi II penentuan pH optimum.	63
21. Data uji adsorpsi rata-rata penentuan pH optimum.	65

22. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan waktu kontak optimum.	65
23. Data uji adsorpsi I penentuan waktu kontak optimum.....	66
24. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan waktu kontak optimum.	68
25. Data uji adsorpsi II penentuan waktu kontak optimum.	69
26. Data uji adsorpsi rata-rata penentuan waktu kontak optimum.....	70
27. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan pelarut desorpsi optimum.....	71
28. Data uji adsorpsi I penentuan pelarut desorpsi optimum.	71
29. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan pelarut desorpsi optimum. ...	72
30. Data uji adsorpsi II penentuan pelarut desorpsi optimum.....	73
31. Data uji desorpsi rata-rata penentuan pelarut desorpsi optimum.....	73

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur tetrasiklin (Griffin <i>et al.</i> , 2010).....	6
2. Mekanisme teknik dSPE (Rodríguez <i>et al.</i> , 2015).....	7
3. Struktur <i>graphene oxide</i> (Neolaka <i>et al.</i> , 2020).....	9
4. Hipotesis mekanisme sintesis GO-Fe ₃ O ₄ (Neolaka <i>et al.</i> , 2020).....	11
5. Kulit singkong.....	12
6. XRD Fe ₃ O ₄ dan GO-Fe ₃ O ₄ (Raghu <i>et al.</i> , 2017).....	14
7. FTIR Fe ₃ O ₄ GO dan GO-Fe ₃ O ₄ (Raghu <i>et al.</i> , 2017).....	16
8. SEM-EDX GO magnetik (Neolaka <i>et al.</i> , 2020).....	17
9. Diagram skema dari spektrometer UV-Vis <i>single beam</i> (Zhang, 2007).....	18
10. Diagram alir penelitian.....	25
11. Hasil pembuatan adsorben (a) <i>graphene oxide</i> dan (b) <i>graphene oxide</i> magnetik.....	27
12. Hasil difraktogram XRD (a) karbon, (b) <i>graphene</i> , (c) <i>graphene oxide</i> , (d) <i>graphene oxide</i> magnetik.....	28
13. Hasil spektrum FTIR (a) kulit singkong, (b) <i>graphene</i> , (c) <i>graphene oxide</i> , (d) <i>graphene oxide</i> magnetik.....	29
14. Hasil SEM dengan perbesaran 5000x pada permukaan adsorben (a) <i>graphene</i> <i>oxide</i> dan (b) <i>graphene oxide</i> magnetik.....	30
15. Hasil spektrum EDX pada adsorben (a) <i>graphene oxide</i> dan (b) <i>graphene</i> <i>oxide</i> magnetik.....	31
16. Hasil uji adsorpsi variasi massa adsorben.....	32
17. Hasil uji adsorpsi variasi konsentrasi adsorbat.....	33
18. Hasil uji adsorpsi variasi pH adsorbat.....	35
19. Hasil uji adsorpsi variasi waktu kontak.....	36

20. Hasil uji desorpsi variasi pelarut.....	37
21. Kurva kalibrasi I penentuan massa optimum adsorben.	49
22. Kurva kalibrasi II penentuan massa optimum adsorben.	51
23. Kurva kalibrasi I penentuan konsentrasi optimum adsorbat.....	54
24. Kurva kalibrasi II penentuan konsentrasi optimum adsorbat.....	57
25. Kurva kalibrasi I penentuan pH optimum adsorbat.	59
26. Kurva Kalibrasi II Penentuan pH Optimum Adsorbat.....	62
27. Kurva kalibrasi I penentuan waktu kontak optimum.	65
28. Kurva kalibrasi II penentuan waktu kontak optimum.....	68
29. Kurva kalibrasi I penentuan pelarut desorpsi optimum.	70
30. Kurva kalibrasi II penentuan pelarut desorpsi optimum.....	72

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Antibiotik termasuk jenis senyawa yang dikeluarkan oleh mikroorganisme dan bersifat antagonis terhadap pertumbuhan mikroorganisme lain. Antibiotik banyak digunakan pada berbagai bidang, misalnya bidang kedokteran (Humaida, 2014) dan bidang peternakan (Choirunnisa *et al.*, 2019). Menurut Van Boeckel (2014), penggunaan antibiotik di dunia oleh manusia meningkat sebesar 36% antara tahun 2000 dan 2010. Salah satu antibiotik yang banyak digunakan yaitu antibiotik tetrasiklin.

Antibiotik tetrasiklin banyak digunakan untuk pengobatan infeksi bakteri karena mengandung aktivitas mikroba yang luas, bahannya mudah didapat dan harganya murah (Lou *et al.*, 2016). Banyaknya penggunaan antibiotik tetrasiklin, berpotensi meningkatkan residu antibiotik di lingkungan. Residu antibiotik yang mengkontaminasi air tanah mempunyai resiko menyebabkan toksisitas langsung pada manusia yang meminum air tersebut (Martinez, 2009), mengganggu kesetimbangan ekosistem mikroba dan terjadinya resistensi mikroba terhadap antibiotik tetrasiklin khususnya di lingkungan perairan (Wellington *et al.*, 2013). Oleh karena itu, perlu dilakukan pemantauan terhadap residu antibiotik tetrasiklin di lingkungan.

Penentuan residu antibiotik tetrasiklin dapat dilakukan dengan beberapa instrumen seperti *High-Performance Liquid Chromatography - Photodiode Array* (HPLC - PDA) (Pawestri *et al.*, 2019), Spektrofotometri UV – Vis, Kromatografi Lapis Tipis (KLT) (Aniza *et al.*, 2019), dan *enzyme-linked immunosorbent assay*

(ELISA) (Song *et al.*, 2018). Akan tetapi, penentuan residu antibiotik di lingkungan merupakan hal yang rumit, karena konsentrasi analit yang rendah dan matriks lingkungan yang kompleks (Tong *et al.*, 2009). Oleh karena itu, teknik preparasi sampel yang tepat juga dilakukan untuk meningkatkan kemampuan deteksi, selektivitas, sensitivitas, dan mencegah kerusakan alat lebih dini (Li *et al.*, 2019 ; Widiyanti, 2020).

Umumnya teknik preparasi yang digunakan untuk analit di lingkungan perairan yaitu ekstraksi cair – cair. Namun dalam penggunaannya ekstraksi cair – cair memerlukan waktu yang lama dan membutuhkan pelarut yang banyak (Shi *et al.*, 2008; Pavlović *et al.*, 2007). *Solid Phase Extraction* (SPE) adalah salah satu teknik preparasi sampel untuk mengatasi kelemahan ekstraksi cair-cair konvensional. Namun demikian, teknik SPE dalam pelaksanaannya masih memerlukan jumlah sampel yang cukup banyak, plugging dalam kolom SPE, metode yang rumit dan biaya yang mahal (Anastassiades *et al.*, 2003), begitu juga dengan SPE komersial yang diperoleh secara impor dan relatif mahal untuk analisis residu antibiotik di lab di Indonesia. Untuk mengatasi hal tersebut telah dikembangkan teknik *dispersive Solid Phase Extraction* (dSPE).

Teknik *dispersive Solid Phase Extraction* (dSPE) memiliki keunggulan seperti metode lebih sederhana, waktu ekstraksi yang singkat, pelarut yang digunakan lebih sedikit, dan efektivitasnya tinggi (Scigalski and Kosobucki, 2020). Metode dSPE terdiri dari penambahan adsorben padat (biasanya berbasis silika atau polimer) yang langsung dimasukkan ke larutan sampel. Prinsip metode dSPE didasarkan pada analit yang ada dalam matriks sampel yang akan teradsorpsi ke fase padat dSPE berupa adsorben (Islas *et al.*, 2017).

Adsorben sebagai fase padat dalam dSPE dapat menggunakan material berkarbon seperti karbon aktif (Ravulapalli and Ravindhranath, 2018). Namun, karbon aktif sebagai adsorben konvensional, memiliki kelemahan pada proses regenerasinya yang menyebabkan sifat adsorpsinya berkurang bahkan tidak dapat digunakan kembali. Maka dilakukan pengembangan adsorben baru yang dapat digunakan

kembali dengan kapasitas adsorpsi yang lebih tinggi untuk pengelolaan residu antibiotik seperti *graphene*.

Graphene memiliki beberapa keunggulan seperti luas permukaannya besar, konduktivitas termal yang tinggi dan biaya produksinya rendah, hal tersebut membuat *graphene* dijadikan sebagai adsorben dalam mengatasi polutan lingkungan. Namun, *graphene* memiliki kekurangan yaitu sulit untuk mempertahankan luas permukaannya, karena adanya gaya *Van der Waals* yang kuat yang menyebabkan berkurangnya kemampuan adsorben untuk menyerap analit (Wang *et al.*, 2012). Untuk mengatasi hal tersebut, telah dikembangkan turunan *graphen* yaitu *graphene oxide*.

Graphene oxide memiliki gugus fungsi seperti epoksi, hidroksil dan karboksil dalam struktur karbonnya sehingga memiliki sisi yang lebih aktif dan membuat *graphene oxide* berpotensi untuk dijadikan adsorben. Namun, *graphene oxide* memiliki kelemahan sebagai adsorben seperti sulitnya proses pemisahan dari larutan dan membutuhkan waktu yang relatif lama karena menggunakan proses sentrifugasi dan filtrasi. Hal ini, berdampak pada rendahnya nilai adsorpsi dari adsorben dan residu *graphene oxide* yang berpotensi menjadi pencemar sekunder apabila tidak dipisahkan secara sempurna. Maka dari itu, dikembangkan lah adsorben *graphene oxide* berbasis magnetik (Neolaka *et al.*, 2020).

Pengembangan adsorben *graphene oxide* berbasis magnetik termasuk solusi untuk meningkatkan efektivitas dari proses pemisahan massa dalam proses adsorpsi. Salah satu nanopartikel yang cocok adalah oksida besi (Fe_3O_4) yang memiliki keunggulan seperti luas permukaan yang besar, stabilitas kimia yang baik, toksisitas yang rendah, dan mudah disintesis. *Graphene oxide* yang dimodifikasi magnetik akan bertambah berat molekulnya dan mempermudah pemisahan adsorbat dari adsorbennya (Ain *et al.*, 2020 ; Neolaka *et al.*, 2020). Umumnya bahan utama dalam pembuatan *graphene oxide* yaitu grafit sintesis, namun karena harganya yang mahal dan preparasi yang tidak mudah (Shams *et al.*, 2015 ;Neolaka *et al.*, 2020), maka dibuatlah grafit dari bahan alam seperti kulit

singkong dan tongkol jagung yang memiliki kandungan karbon yang cukup tinggi, sehingga berpotensi untuk dijadikan bahan baku grafit (Dewi, 2020).

Kulit singkong menghasilkan limbah padat yang bernilai guna tinggi (Akhavan *et al.*, 2014). Kulit singkong banyak digunakan sebagai adsorben karena kandungan selulosa yang melimpah di dalam kulitnya (Landiana dan Arkilaus, 2016).

Provinsi Lampung termasuk provinsi yang mempunyai lahan singkong yang luas di Indonesia dengan jumlah produksi singkong mencapai sekitar 6,68 juta ton dengan laju pertumbuhan 1,5 % per tahun (Badan Pusat Statistik, 2018) yang menyebabkan limbah kulit singkong semakin banyak. Kulit singkong juga mengandung karbon yang cukup tinggi (Ariyani *et al.*, 2017) sehingga berpotensi untuk dijadikan adsorben *graphene oxide*. Berdasarkan uraian diatas, maka pada penelitian ini akan dilakukan modifikasi magnetik pada permukaan *graphene oxide* yang berasal dari limbah kulit singkong untuk ekstraksi antibiotik tetrasiklin di lingkungan perairan.

1.2 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Sintesis *graphene oxide* magnetik dari limbah kulit singkong.
2. Karakterisasi *graphene oxide* magnetik menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Fourier Transform Infrared* (FTIR), dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX)
3. Optimasi massa adsorben, konsentrasi adsorbat, pH adsorbat, waktu kontak serta pelarut desorpsi dalam proses ekstraksi senyawa antibiotik tetrasiklin.

1.3 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai kemampuan *graphene oxide* magnetik dalam ekstraksi antibiotik tetrasiklin di lingkungan.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Antibiotik Tetrasiklin

Antibiotik adalah zat-zat kimia yang dihasilkan oleh fungi atau bakteri, yang memiliki khasiat mematikan atau menghambat pertumbuhan mikroorganisme patogen, sedangkan toksisitasnya bagi manusia relative kecil. Antibiotik sering digunakan untuk mengobati berbagai jenis infeksi akibat kuman atau juga untuk mencegah pertumbuhan kuman (Tjay dan Rahardja, 2007).

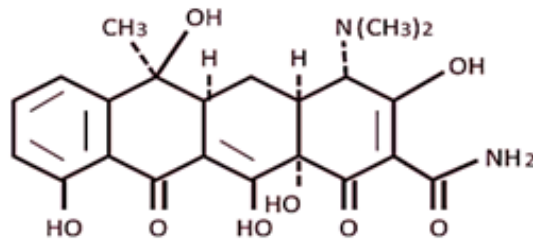
Tetrasiklin merupakan senyawa kristal berwarna kuning dan sedikit larut dalam air (Schunack *et al.*, 1990). Tetrasiklin merupakan antibiotik yang bersifat bakteriostatik dan bekerja dengan cara menghambat pertumbuhan bakteri.

Tetrasiklin memiliki spektrum yang luas yang berarti antibiotik ini memiliki kemampuan melawan sejumlah bakteri patogen (Yuningsih *et al.*, 2004).

Antibiotik golongan tetrasiklin seperti tetrasiklin, oksitetrasiklin, doksisisiklin, dan klortetrasiklin merupakan salah satu golongan antibiotika yang sering digunakan untuk pengobatan penyakit infeksi respirasi kronis, sinovitis dan kolera unggas pada ayam (Cherlet *et al.*, 2003).

Penggunaan antibiotik yang berlebihan dapat menimbulkan residu antibiotik.

Masalah yang dapat ditimbulkan oleh adanya residu antibiotik di lingkungan ialah resistensi bakteri. Resistensi bakteri terhadap antibiotik adalah kekebalan bakteri pada jenis antibiotik tertentu. Jika bakteri di lingkungan terpapar terus menerus oleh limbah antibiotik, maka akan berdampak buruk bagi lingkungan dan makhluk hidup (Cahyana *et al.*, 2021). Struktur Tetrasiklin ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur tetrasiklin (Griffin *et al.*, 2010)

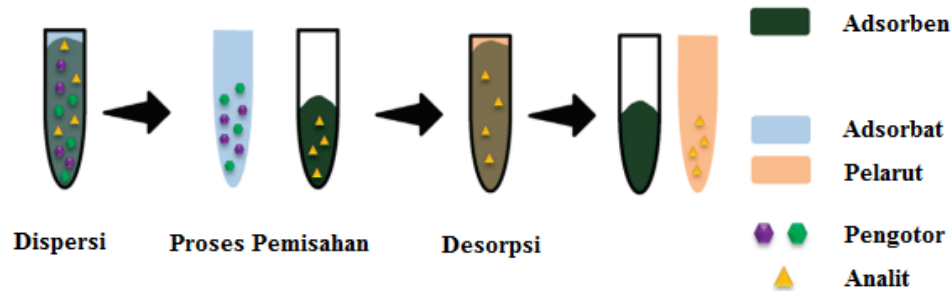
2.2 Dispersive Solid Phase Extraction (dSPE)

Teknik dSPE merupakan teknik yang didasarkan pada dispersi adsorben padat dalam sampel yang terdiri dari pelarut dan senyawa target yang akan diekstraksi. Prinsip kerja dSPE yaitu Adsorben yang berinteraksi langsung dengan senyawa target, dipisahkan dari larutan sampel dengan cara sentrifugasi atau filtrasi. Selanjutnya, desorpsi menggunakan pelarut yang sesuai (Büyüktiryaki *et al.*, 2020). Teknik dSPE memiliki keunggulan dibandingkan teknik SPE seperti penggunaan adsorben yang jauh lebih sedikit, menghindari format *cartridge*, menghemat waktu, tenaga, biaya, dan pelarut (Anastassiades *et al.*, 2003; Lambropoulou *and* Albanis, 2007; Büyüktiryaki *et al.*, 2020).

Pada teknik dSPE, adsorben langsung berinteraksi dengan adsorbat sehingga proses berlangsung lebih cepat dan lebih efektif (Rodríguez *et al.*, 2015). Pemilihan adsorben sangat penting dalam teknik dSPE, adsorben yang digunakan harus memberikan eluat yang bersih untuk analisis kromatografi dan memberikan *recovery* yang tinggi pada senyawa yang dianalisis. Sebagian besar adsorben yang digunakan dalam dSPE bekerja berdasarkan prinsip adsorpsi, sehingga adsorben berikatan kuat dengan adsorbat (Cvetković *et al.*, 2016).

Pemilihan teknik dSPE sangat tepat untuk analisis langsung sampel yang mengandung mikropartikel atau mikroorganisme (terdapat dalam sampel makanan dan lingkungan) yang dapat menghalangi kartrid dan menyebabkan kegagalan

ekstraksi pada SPE konvensional. Teknik dSPE biasanya digunakan untuk tujuan pembersihan dengan menambahkan sampel cair atau ekstrak yang mengandung analit (Rodríguez *et al.*, 2015). Mekanisme teknik dSPE ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Mekanisme teknik dSPE (Rodríguez *et al.*, 2015)

2.3 Adsorpsi

Adsorpsi secara umum adalah proses penggumpalan substansi terlarut (*soluble*) yang ada dalam larutan, oleh permukaan zat atau benda penyerap, dimana terjadi suatu ikatan kimia fisika antara substansi dengan penyerapannya. Adsorpsi menggunakan istilah adsorben dan adsorbat, dimana adsorben merupakan zat penyerap, sedangkan adsorbat merupakan suatu media yang diserap (Soedarsono dan Syahputra, 2005).

Aktivasi adsorben akan menaikkan energi pada permukaannya sehingga dapat meningkatkan tarikan terhadap molekul adsorbat. Adsorben yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah adsorben yang dihasilkan dari pemanfaatan limbah kulit singkong yang tidak dipakai lagi sebagai bahan baku untuk membuat adsorben.

Pada dasarnya proses adsorpsi dibagi menjadi 2 proses yaitu

1. Adsorpsi Fisik

Adsorpsi fisik yaitu berhubungan dengan gaya *Van Der Waals*, merupakan suatu proses bolak-balik apabila daya tarik menarik antara zat terlarut dan adsorben lebih besar daya tarik menarik antara zat terlarut dengan pelarutnya maka zat yang terlarut akan diadsorpsi pada permukaan adsorben. Adsorpsi Fisik ini terjadi pada zat-zat yang bersuhu rendah dengan adsorpsi relatif rendah.

2. Adsorpsi Kimia

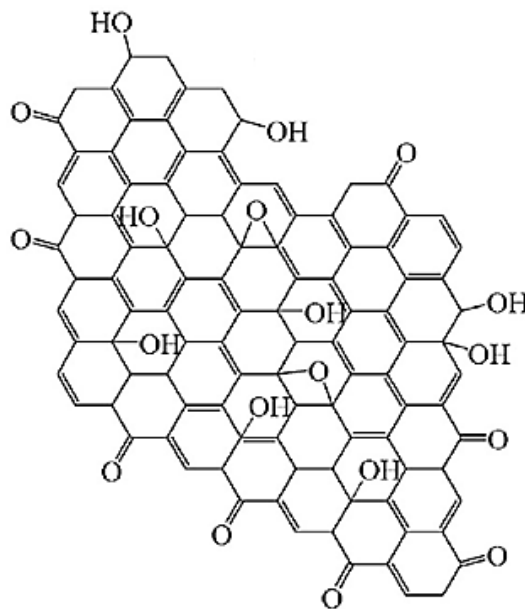
Adsorpsi kimia yaitu reaksi yang terjadi antara zat padat dan zat terlarut yang teradsorpsi. Adsorpsi ini bersifat spesifik dan terjadi berdasarkan ikatan kimia antara adsorben dengan zat yang teradsorpsi (adsorbat), sehingga jika dibandingkan dengan adsorpsi fisik, kerja yang terjadi jauh lebih besar begitu juga dengan panas adsorpsi dibanding dengan adsorpsi fisik, selain itu adsorpsi kimia terjadi pada suhu yang tinggi.

2.4 Graphene Oxide

Graphene merupakan alotrop karbon dengan bentuk dua dimensi dan berikatan secara heksagonal. *Graphene* merupakan penyusun dasar dari alotrop karbon lainnya seperti grafit, arang, carbon nanotubes dan fullerenes. Panjang ikatan C – C pada *graphene* sebesar 1,42 Å, dengan ikatan yang kuat dalam satu bidang lapisan tetapi lemah antar lapisan lain. *Graphene* merupakan senyawa dua dimensi yang hanya terdiri dari satu lapisan, sedangkan untuk struktur ikatan yang terdapat pada *graphene* sama seperti alotrop karbon yang berbentuk tiga dimensi (Royal, 2010).

Graphene oxide (GO) merupakan senyawa turunan dari *graphene* yang tidak hanya mengandung karbon, tetapi juga oksigen dan hidrogen. *Graphene oxide* adalah *graphene* yang teroksidasi, yang mempunyai ikatan dengan gugus fungsi oksigen reaktif, yang menjadikannya pilihan yang tepat untuk digunakan dalam banyak aplikasi. *Graphene oxide* bersifat hidrofilik dan memiliki banyak gugus reaktif yang mengandung oksigen seperti epoksi, karbonil, hidroksil, dan gugus

karboksilat. Lembar nano *graphene oxide* disintesis dengan oksidasi *graphene* melalui proses oksidasi kimia (He *et al.*, 2021). *Graphene oxide* dapat disintesis melalui proses dan metode yang dikembangkan dengan baik yaitu kimia pengelupasan. *Graphene oxide* memiliki beberapa keunikan dan sifat yang kuat termasuk luas permukaan yang tinggi dan dapat diakses untuk fungsionalisasi kimia atau fisik. Selain itu, *graphene oxide* memiliki karakteristik yang baik sebagai bahan penyerap potensial. Berbagai aplikasi telah dikembangkan dengan menggunakan *graphene oxide* seperti untuk biodeteksi, superkapasitor, nano-*filler*, pembawa obat dan penyerap pewarna molekul (Hardiansyah *et al.*, 2017). Struktur *graphene oxide* ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Struktur *graphene oxide* (Neolaka *et al.*, 2020)

2.5 *Graphene Oxide* Magnetik

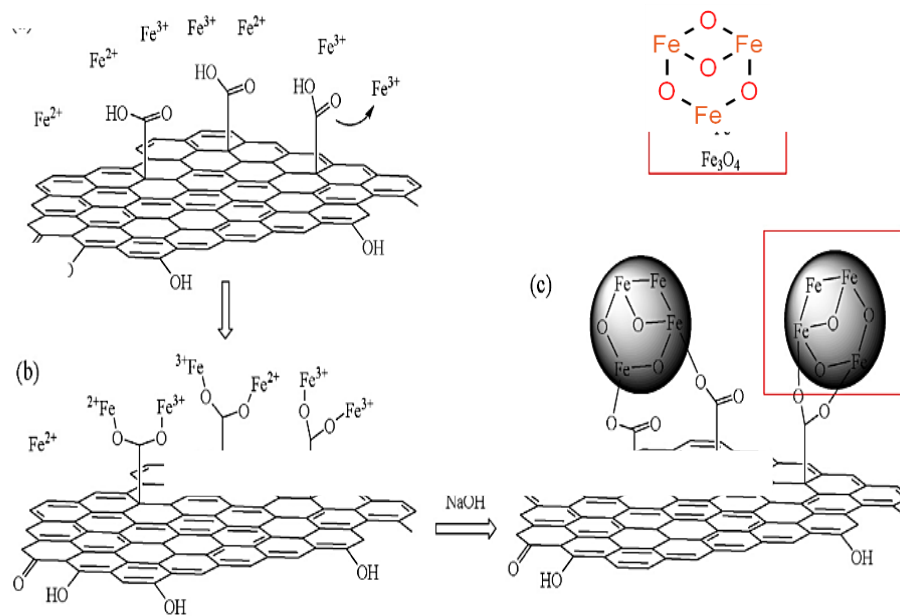
Graphene oxide magnetik merupakan senyawa yang terdiri dari oksida *graphene* dan oksida besi (He *et al.*, 2021). Oksida besi merupakan kelompok mineral yang tersusun dari oksida, hidroksida atau oksi-hidroksida. Oksida besi memiliki beberapa sifat karakteristik yaitu kelarutan yang rendah, stabilitas yang tinggi, warna yang mencolok dan luas permukaan yang tinggi. Karakteristik oksida besi

tersebut menjadikan oksida besi adsorben yang sangat efektif untuk sejumlah spesies kimia terlarut (Schwertmann and Cornell, 2000).

Menurut Dung (2009), Fe_3O_4 dapat dihasilkan dari endapan campuran $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam suasana basa. Magnetit ini akan bersifat superparamagnetik ketika ukuran suatu partikel magnetiknya dibawah 10 nm pada suhu ruang. Oleh karena itu, sintesis nanopartikel dengan mengatur ukurannya, menjadi salah satu hal yang penting dalam ruang lingkup sintesis magnetit (Hook and Hall, 1991).

Dalam beberapa tahun terakhir, penerapan nanopartikel magnetik sebagai adsorben dalam teknik dSPE telah menarik banyak perhatian. Senyawa ini menunjukkan dispersibilitas yang baik dan luas permukaan terhadap volume yang tinggi rasio, dan sifat superparamagnetiknya membuatnya mudah diisolasi dari matriks oleh eksternal medan magnet, tanpa menahan magnetisasi sisa. Magnetit (Fe_3O_4) termasuk nanopartikel yang paling banyak digunakan dalam dSPE (Scigalski and Kosobucki, 2020).

Prosedur pembuatan graphene oxide magnetik menggunakan metode kopresipitasi in situ. *Graphene oxide* dilarutkan dalam akuades lalu diaduk selama 15 menit. Selanjutnya, larutan magnetik dibuat dengan melarutkan padatan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam akuades dan diaduk selama 30 menit pada suhu 40°C , dan ditambahkan larutan NaOH 1M hingga mencapai pH 4. Larutan *graphene oxide* yang telah diaduk, kemudian dimasukkan ke dalam larutan magnetik dan diaduk selama 30 menit. Selanjutnya, campuran ditambahkan larutan NaOH 1M hingga mencapai pH 10 dan didiamkan selama 30 menit. Endapan hitam yang dihasilkan disaring, dicuci dengan akuades, kemudian dikeringkan pada suhu 60°C selama 24 jam (Neolaka *et al.*, 2020). Hipotesis mekanisme sintesis GO- Fe_3O_4 ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Hipotesis mekanisme sintesis GO-Fe₃O₄ (Neolaka *et al.*, 2020)

2.6 Kulit Singkong

Singkong merupakan tanaman yang mengandung karbohidrat cukup tinggi. Singkong diproduksi lebih dari 20 juta ton setiap tahunnya di Indonesia. Produksi singkong yang tinggi, menyebabkan banyaknya limbah kulit singkong (Permatasari *et al.*, 2014). Kulit singkong merupakan salah satu material biomassa dari limbah hasil pertanian yang belum banyak dimanfaatkan dan mempunyai potensi cukup baik sebagai adsorben. Berat kulit singkong dalam setiap umbinya mencapai 16% dari bobot umbi singkong tersebut (Maulinda *et al.*, 2015; Suprabawati *et al.*, 2018). Kulit singkong menjadi limbah utama di negara berkembang (Rukmana, 1997). Kulit singkong ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Kulit singkong

Kulit singkong mengandung selulosa yang didalamnya terdapat gugus fungsi yaitu gugus karboksil dan hidroksil (Suhaeri *et al.*, 2014). Selulosa yang diaktifkan secara kimia atau fisika akan meningkatkan luas permukaannya dan dapat digunakan sebagai adsorben. Menurut Hasrianti (2012), di dalam kulit singkong terdapat kandungan protein, selulosa non reduksi, HCN, dan serat kasar yang tinggi. Kulit singkong juga mengandung karbon yang cukup tinggi yaitu sebesar 59,31%. Menurut Sulaiman (2019), tingkat C, H, O, N, dan S dalam kulit singkong sekitar masing-masing sebesar 59.31%, 9.78%, 28.7%, 2.06%, dan 0.11%. Persentase unsur kimia dalam kulit singkong ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Persentase unsur kimia dalam kulit singkong

Komponen	Massa (%)
Karbon	59,31
Hidrogen	9,78
Oksigen	28,74
Nitrogen	2,06
Sulfur	0,11

Sumber: Ikawati dan Melati, 2009

2.7 Karakterisasi

2.7.1 *X-Ray Diffraction (XRD)*

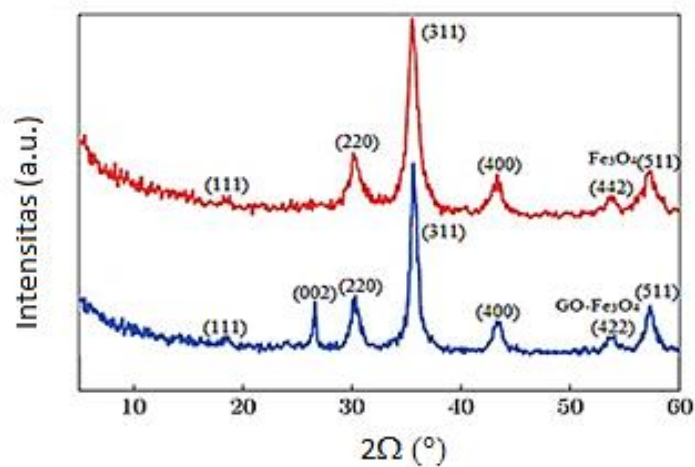
Tahapan kerja *X-Ray Diffraction (XRD)* terdiri dari 3 tahap, yaitu: produksi, difraksi, dan interpretasi. XRD dilengkapi oleh komponen-komponen penting seperti tabung sinar-X, *monochromator* dan detektor. Pada tahap produksi, elektron yang dihasilkan ketika filamen (katoda) dipanaskan akan dipercepat akibat perbedaan tegangan antara katoda dan logam target (anoda) sehingga terjadi tumbukan dengan anoda. Tumbukan antara elektron yang dipercepat tersebut dengan anoda akan menghasilkan radiasi sinar-X yang akan keluar dari tabung sinar-X dan berinteraksi dengan struktur kristal material yang diuji.

Pada tahap difraksi, radiasi sinar-X yang telah dihasilkan oleh tabung sinar-X akan berinteraksi dengan struktur kristal material yang diuji. Material yang akan dianalisis struktur kristalnya harus berada dalam fasa padat karena dalam kondisi tersebut kedudukan atomnya-atomnya berada dalam susunan yang sangat teratur sehingga membentuk bidang-bidang kristal. Ketika suatu berkas sinar-X diarahkan pada bidang kristal tersebut maka akan timbul pola-pola difraksi ketika sinar-X melewati celah-celah kecil di antara bidang-bidang kristal tersebut. Pola-pola difraksi tersebut sebenarnya menyerupai pola gelap dan terang. Pola gelap terbentuk ketika terjadi interferensi destruktif, sedangkan pola terang terbentuk ketika terjadi interferensi konstruktif dari pantulan gelombang-gelombang sinar-X yang saling bertemu.

Interferensi konstruktif radiasi sinar-X hasil difraksi struktur kristal material yang diuji selanjutnya akan dideteksi oleh detektor. Agar detektor dapat mendeteksi interferensi konstruktif radiasi sinar-X hasil difraksi struktur kristal material yang diuji dengan tepat, maka posisinya harus berada tepat pada arah sudut pantul radiasi sinar-X tersebut. Interpretasi konstruktif radiasi sinar-X yang telah dideteksi oleh detektor selanjutnya akan diperkuat gelombangnya dengan menggunakan amplifier. Lalu interferensi konstruktif radiasi sinar-X tersebut akan

terbaca secara spektroskopi sebagai puncak-puncak grafik yang ditampilkan oleh layar komputer. Dengan menganalisis puncak-puncak grafik tersebut struktur kristal suatu material dapat diketahui.

Karakterisasi menggunakan XRD bertujuan untuk menentukan sistem kristal. Metode difraksi sinar-X dapat menerangkan parameter kisi, jenis struktur, susunan atom yang berbeda pada kristal, adanya ketidaksempurnaan pada kristal, orientasi, butir-butir, dan ukuran butir (Smallman, 1999). XRD Fe_3O_4 dan $\text{GO-Fe}_3\text{O}_4$ ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6. XRD Fe_3O_4 dan $\text{GO-Fe}_3\text{O}_4$ (Raghu *et al.*, 2017)

2.7.2 Fourier Transform Infrared (FTIR)

Spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*) atau spektroskopi inframerah adalah suatu metode analisis berdasarkan pada prinsip interaksi suatu senyawa kimia dengan radiasi elektromagnetik yang akan menghasilkan suatu getaran (vibrasi) dari suatu ikatan kimia poliatomik atau gugus fungsional senyawa kimia. Teknik ini disebut juga dengan spektroskopi vibrasional (Moros *et al.*, 2010). Spektroskopi FTIR memiliki kemampuan yang cepat dalam menganalisis, bersifat tidak merusak dan hanya dibutuhkan preparasi sampel yang sederhana (Vlachos *et al.*, 2006).

Terdapat 3 jenis spektroskopi vibrasional yang diaplikasikan luas dalam bidang farmasi yaitu spektroskopi infrared dekat (*near infrared*), spektroskopi infrared tengah (*mid infrared*), dan spektroskopi Raman. Daerah yang penting untuk analisis kualitatif sistem organik adalah IR tengah, karena banyak ditemukan vibrasi dasar. Daerah spektra raman adalah sama dengan IR tengah. Pada daerah IR dekat umumnya digunakan konfirmasi struktur kimia, dan pada IR jauh penggunaannya sangat terbatas (Rohman *et al.*, 2014). Ketiga teknik dan instrumen dalam metode tersebut merupakan teknik yang menarik dan menjanjikan untuk digunakan sebagai penelitian, untuk penjaminan mutu produk, dan merupakan teknik analisis kimia hijau karena hanya sedikit atau sama sekali tidak menggunakan pelarut atau reagen kimia sehingga dapat mencegah bahaya yang dapat timbul karena reagen kimia atau pelarut dan mengurangi biaya analisis (Rohman *et al.*, 2014).

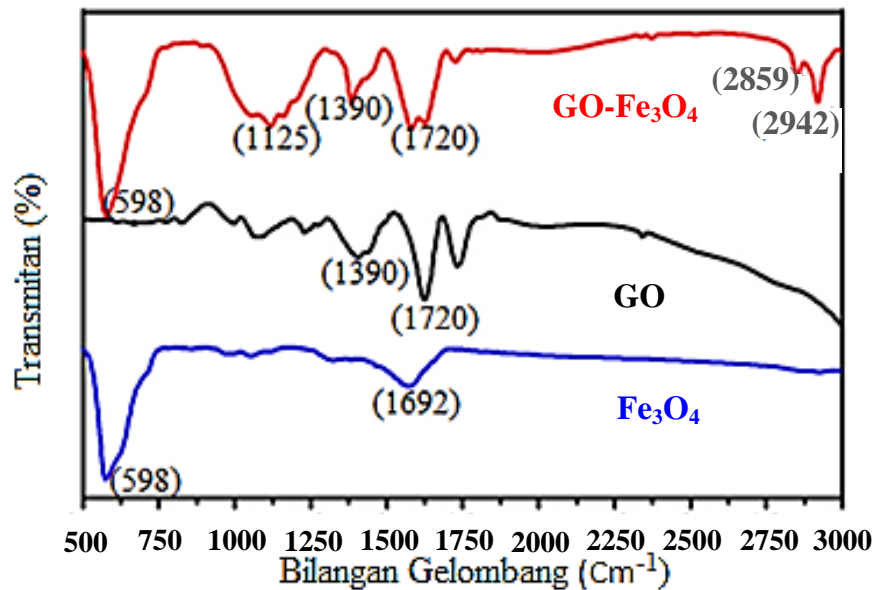
Daerah spektrum infrared dapat dibagi menjadi dua yaitu:

1. Daerah frekuensi gugus fungsional

Terletak pada daerah radiasi $4000-1400\text{ cm}^{-1}$. Bagian dari spektrum ini menunjukkan absorbansi yang timbul karena ikatan dan gugus. Kebanyakan puncak absorpsi dalam daerah spektrum ini mudah dikenal dan berasal dari gugus fungsional yang khas.

2. Daerah sidik jari (*Fingerprint*)

Yaitu daerah yang terletak pada $1400-400\text{ cm}^{-1}$. Pita-pita absorpsi pada daerah ini berhubungan dengan vibrasi molekul secara keseluruhan. Setiap atom dalam molekul akan saling mempengaruhi sehingga dihasilkan pita-pita absorpsi yang khas untuk setiap model (Mudasir dan Candra, 2008). Radiasi yang berasal dari sumber sinar dilewatkan melalui interferometer ke sampel sebelum mencapai detektor. Selama penguatan (amplifikasi) sinyal, yang mana kontribusi-kontribusi frekuensi tinggi telah dihilangkan dengan filter, data diubah ke bentuk digital dengan *analog-to-digital converter* dan dipindahkan ke komputer untuk menjalani transformasi Fourier. FTIR Fe_3O_4 , GO dan $\text{GO-Fe}_3\text{O}_4$ ditunjukkan pada Gambar 7.



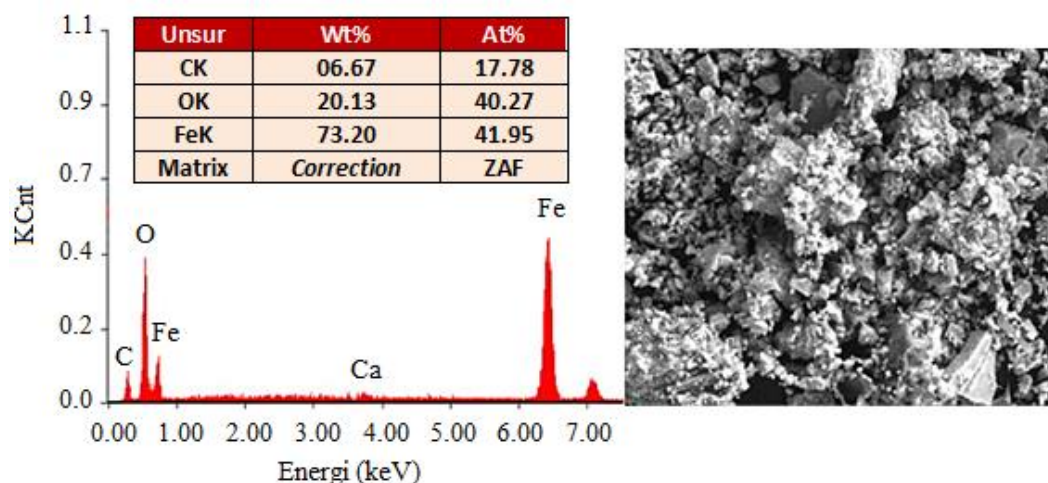
Gambar 7. FTIR Fe_3O_4 GO dan $\text{GO-Fe}_3\text{O}_4$ (Raghu *et al.*, 2017)

2.7.3 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)

Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan alat karakterisasi yang digunakan untuk melihat objek mikroskopis dengan perbesaran yang cukup tinggi. SEM menggunakan berkas elektron, media vakum dan beberapa tambahan seperti spektrometer sinar-X, detektor elektron *backscattered* detektor elektron *transmitted*, tahapan pemanasan/pendinginan/regangan dan *device* semikonduktor. Berkas elektron yang dipancarkan dari elektron *gun* difokuskan pada permukaan sampel oleh lensa elektron (*electron lens*). Jumlah total elektron yang mencapai permukaan sampel adalah selisih antara total elektron yang dipancarkan dengan total elektron yang terhalang oleh celah pada jalur berkas. Jumlah elektron yang mengenai sampel per satuan luas ditentukan oleh diameter probe elektron. Karena elektron partikel bermuatan, maka interaksi elektron dengan sampel merupakan interaksi kuat (interaksi coulomb). Ketika berkas elektron mengenai sampel maka terjadi penghamburan oleh atom yang dekat lapisan permukaan sampel yang mengakibatkan arah gerak elektron berubah dan sebagian energinya hilang.

Pada peristiwa elektron sumber memasuki sebuah bahan, arah gerak elektron dipengaruhi oleh berbagai penghalang (*multiple scattering*) dan mengikuti lintasan yang rumit dan kompleks jauh dari garis lurus. Ketika elektron dengan energi yang sama mengenai permukaan sampel, sebagian elektron dipantulkan dalam arah berlawanan (*back scattering*) dan sisanya diserap oleh sampel. Jika sampel cukup tipis, maka elektron dapat melewati sampel (elektron transmisi). Proses pengambilan gambar dan analisis kimia dengan SEM sangatlah dipengaruhi oleh jenis sampel.

Perangkat *Energy Dispersive X-Ray* (EDX) yang terintegrasi dengan SEM memungkinkan dilakukannya mikroanalisis secara kualitatif dan semi kuantitatif untuk unsur kimia. EDX dihasilkan dari Sinar X karakteristik, yaitu dengan menembakkan sinar X pada posisi yang ingin kita ketahui komposisinya. Setelah ditembakkan pada posisi yang diinginkan maka akan muncul puncak-puncak tertentu yang mewakili suatu unsur yang terkandung. Perangkat lunak (*software*) akan secara otomatis mengidentifikasi jenis unsur/elemen yang terkandung pada sampel yang dikenal dengan *element identification*. EDX bisa digunakan untuk menganalisa secara kuantitatif dari persentase kandungan masing–masing elemen (Cahyana *et al.*, 2014). SEM-EDX *graphene oxide* magnetik ditunjukkan pada Gambar 8.



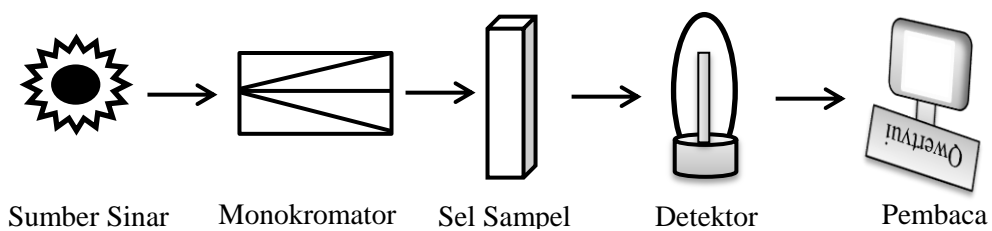
Gambar 8. SEM-EDX GO magnetik (Neolaka *et al.*, 2020)

2.8 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometer adalah alat untuk mengukur transmittan atau absorbansi suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang, tiap media akan menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu tergantung pada senyawa atau warna terbentuk (Cairns, 2009). Spektrofotometri UV-Vis merupakan salah satu teknik analisis spektroskopi yang memakai sumber radiasi elektromagnetik *ultraviolet* dekat (190-380) dan sinar tampak (380-780) dengan memakai instrumen spektrofotometer. Spektrofotometri UV-Vis melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometri UV-Vis lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif daripada kualitatif (Mulja dan Suharman, 1995).

Spektrofotometer UV-Vis terdiri atas spektrometer dan fotometer.

Spektrofotometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi. Spektrofotometer tersusun atas sumber spektrum yang kontinyu, monokromator, sel pengabsorpsi untuk larutan sampel atau blanko dan suatu alat untuk mengukur perbedaan absorpsi antara sampel dan blanko ataupun pembanding (Khopkar, 1990). Diagram skema dari spektrometer UV-Vis *single beam* ditunjukkan pada Gambar 9.



Gambar 9. Diagram skema dari spektrometer UV-Vis *single beam* (Zhang, 2007)

Komponen-komponen pokok dari spektrofotometer meliputi:

1. Sumber tenaga radiasi yang stabil, sumber yang biasa digunakan adalah lampu wolfram.
2. Monokromator untuk memperoleh sumber sinar yang monokromatis.

3. Sel absorpsi, pada pengukuran di daerah *visible* menggunakan kuvet kaca atau kuvet kaca corex, tetapi untuk pengukuran pada UV menggunakan sel kuarsa karena gelas tidak tembus cahaya pada daerah ini.
4. Detektor radiasi yang dihubungkan dengan sistem meter atau pencatat. Peranan detektor penerima adalah memberikan respon terhadap cahaya pada berbagai panjang gelombang (Khopkar, 1990).

Serapan cahaya oleh molekul dalam daerah spektrum *ultraviolet* dan *visible* tergantung pada struktur elektronik dari molekul. Serapan ultraviolet dan *visible* dari senyawa-senyawa organik berkaitan erat transisi-transisi diantara tingkatan-tingkatan tenaga elektronik. Disebabkan karena hal ini, maka serapan radiasi ultraviolet atau terlihat sering dikenal sebagai spektroskopi elektronik. Transisi-transisi tersebut biasanya antara orbital ikatan antara orbital ikatan atau orbital pasangan bebas dan orbital non ikatan tak jenuh atau orbital anti ikatan. Panjang gelombang serapan merupakan ukuran dari pemisahan tingkatan-tingkatan tenaga dari orbital yang bersangkutan. Spektrum *ultraviolet* adalah gambar antara panjang gelombang atau frekuensi serapan lawan intensitas serapan (transmitasi atau absorbansi). Sering juga data ditunjukkan sebagai gambar grafik atau tabel yang menyatakan panjang gelombang lawan serapan molar atau log dari serapan molar, E_{\max} atau $\log E_{\max}$ (Sastrohamidjojo, 2001).

Sumber tenaga radiasi terdiri dari benda yang tereksitasi menuju ke tingkat yang lebih tinggi oleh sumber listrik bertegangan tinggi atau oleh pemanasan listrik. Monokromator adalah suatu instrumen optis yang berfungsi secara spesifik untuk memilih dan memilah panjang gelombang dari suatu berkas cahaya yang diterimanya dengan cara mengarahkan panjang gelombang tertentu melalui celah keluarannya. Pengukuran pada daerah UV harus menggunakan sel kuarsa karena gelas tidak tembus cahaya pada daerah ini. Sel yang biasa digunakan berbentuk persegi maupun berbentuk silinder dengan ketebalan 10 mm. Sel tersebut adalah sel pengabsorpsi, merupakan sel untuk meletakkan cairan ke dalam berkas cahaya spektrofotometer (Sastrohamidjojo, 2001).

Adapun prinsip kerja spektrofotometri UV-Vis yaitu cahaya yang berasal dari lampu deuterium maupun wolfram yang bersifat polikromatis diteruskan melalui lensa menuju ke monokromator pada spektrofotometer dan filter cahaya pada fotometer. Monokromator kemudian akan mengubah cahaya polikromatis menjadi cahaya monokromatis (tunggal). Berkas-berkas cahaya dengan panjang tertentu kemudian akan dilewatkan pada sampel yang mengandung suatu zat dalam konsentrasi tertentu. Oleh karena itu, terdapat cahaya yang diserap (diabsorpsi) dan ada pula yang dilewatkan. Cahaya yang dilewatkan ini kemudian diterima oleh detektor. Detektor kemudian akan menghitung cahaya yang diterima dan mengetahui cahaya yang diserap oleh sampel. Cahaya yang diserap sebanding dengan konsentrasi zat yang terkandung dalam sampel sehingga akan diketahui konsentrasi zat dalam sampel secara kuantitatif (Triyati, 1985).

Hal-hal yang perlu diperhatikan dalam analisis Spektrofotometri UV-Vis menurut Rohman (2007):

1) Pembentukan Molekul yang dapat Menyerap Sinar UV-Vis

Hal ini perlu dilakukan jika senyawa yang dianalisis tidak menyerap pada daerah tersebut. Cara yang digunakan adalah dengan merubah menjadi senyawa lain atau direaksikan dengan pereaksi tertentu.

2) Waktu Operasional

Cara ini biasa digunakan untuk pengukuran hasil reaksi atau pembentukan warna. Tujuannya adalah untuk mengetahui waktu pengukuran yang stabil. Waktu operasional ditentukan dengan mengukur hubungan antara waktu pengukuran dengan absorbansi larutan.

3) Pemilihan Panjang Gelombang

Panjang gelombang yang digunakan untuk analisis kuantitatif adalah panjang gelombang yang mempunyai absorbansi maksimal. Untuk memilih panjang gelombang maksimal, dilakukan dengan membuat kurva hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang dari suatu larutan baku pada konsentrasi tertentu.

III. METODE PELAKSANAAN

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini telah dilakukan pada bulan Maret 2022 - Juni 2022 di Laboratorium Analitik FMIPA Universitas Lampung. Karakterisasi *graphene*, *graphene oxide*, dan *graphene oxide* magnetik menggunakan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX), *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dilakukan di Unit Pelayanan Teknis Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (UPT- LTSIT) dan *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan di LIPI UPT Balai Pengolahan Mineral Lampung. Uji adsorpsi antibiotik tetrasiklin menggunakan Spektrofotometer *Ultraviolet-Visible* (UV-Vis) dilakukan di Unit Pelayanan Teknis Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (UPT- LTSIT) Universitas Lampung.

3.2 Alat dan Bahan

Adapun alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah gelas *beaker*, labu erlenmeyer, labu ukur, neraca analitik (AND, HR-150A), tabung reaksi, mortar dan alu, *oven* (Memmert, Memmert 55), *hot plate magnetic stirrer* (Stuart BioCote R200000 685), *spinbar*, batangan magnet, *oven*, tanur, corong kaca, pipet *volume*, kertas saring, cawan krus, batang pengaduk, spatula, pH meter, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) (Alpha II-Bruker), *X-Ray Diffraction* (XRD) (*PANalytical X'Pert³ Powder*), *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) (EVO® MA 10), dan Spektrofotometer *Ultraviolet-Visible* (Uv-Vis) (Agilent Cary 100).

Adapun bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah kulit singkong, standar tetrasiklin (*Merck*TM), larutan HNO₃ 2M (*Merck*TM), larutan HCl 0,1M (*Merck*TM), larutan NaOH 0,1M dan 1M (*Merck*TM), FeSO₄·7H₂O (*Merck*TM), FeCl₃·6H₂O (*Merck*TM) dan akuades.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Persiapan *Graphene Oxide*

Sampel kulit singkong yang telah dibersihkan dari arinya, dipotong kecil-kecil, lalu dicuci dengan air untuk menghilangkan kotoran, dikeringkan dibawah sinar matahari selama 2 sampai 3 hari, dan dikeringkan dalam oven pada suhu 70 °C selama 24 jam. Setelah kering, kulit singkong digerus hingga menjadi serbuk, lalu dipirolisis pada suhu 350 °C selama 30 menit. Serbuk hitam yang diperoleh dicuci dengan larutan HNO₃ 2M dan akuades untuk menghilangkan pengotor, disaring dan dikeringkan semalaman (Debbarma *et al.*, 2019).

3.3.2 Sintesis *Graphene Oxide* Magnetik

Prosedur pembuatan *graphene oxide* magnetik menggunakan metode kopresipitasi. Sebanyak 0,025 g *graphene oxide* dilarutkan dalam 50 mL akuades lalu diaduk menggunakan magnetik *stirrer* selama 15 menit. Pada wadah lain, 100 mL akuades ditambahkan dengan 0,556 g FeSO₄·7H₂O dan 1,081 g FeCl₃·6H₂O diaduk selama 30 menit pada suhu 40 °C, dan ditambahkan larutan NaOH 1M hingga mencapai pH 4. Larutan *graphene oxide* yang telah diaduk kemudian ditambahkan ke dalam larutan magnetik dan diaduk selama 30 menit. Selanjutnya, campuran ditambahkan larutan NaOH 1M hingga mencapai pH 10 dan didiamkan selama 30 menit. Endapan hitam yang dihasilkan disaring dan dicuci dengan akuades, kemudian dikeringkan pada suhu 60 °C selama 24 jam.

3.3.3. Karakterisasi

Graphene oxide magnetik yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX untuk mengetahui morfologi, unsur, dan komposisi kuantitatif yang terdapat pada *graphene oxide* magnetik, menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada *graphene oxide* magnetik, dan XRD untuk mengetahui fase kristal molekul yang terdapat pada *graphene oxide* magnetik.

3.3.4 Pembuatan Larutan Induk Tetrasiklin

Larutan induk antibiotik tetrasiklin 500 ppm dibuat dengan cara melarutkan 50 mg padatan antibiotik tetrasiklin lalu ditambahkan larutan HCl 0,1 M hingga tanda tera dalam labu takar 100 mL dan dihomogenkan.

3.3.5 Optimasi Parameter Adsorpsi Antibiotik Tetrasiklin

3.3.5.1 Penentuan Massa Optimum

Ditimbang *graphene oxide* magnetik sebanyak 5 ; 10 ; 15 dan 20 mg, dimasukkan ke dalam masing-masing gelas *beaker* dan ditambahkan 20 mL larutan standar tetrasiklin 10 ppm. Selanjutnya, campuran *distirrer* selama 30 menit. Setelah itu, campuran dipisahkan menggunakan batangan magnet. Larutan yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 269 nm.

3.3.5.2 Penentuan Konsentrasi Optimum

Ditimbang *graphene oxide* magnetik dengan massa optimum, dimasukkan ke dalam masing-masing gelas *beaker* dan ditambahkan 20 mL larutan standar tetrasiklin pada konsentrasi yang berbeda, yaitu 2,5 ; 5 ; 7,5 dan 10 ppm. Selanjutnya, campuran *distirrer* selama 30 menit. Setelah itu, campuran dipisahkan menggunakan batangan magnet. Larutan yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 269 nm.

3.3.5.3 Penentuan pH Optimum

Ditimbang *graphene oxide* magnetik dengan massa optimum, dimasukkan ke dalam masing-masing gelas *beaker* dan ditambahkan 20 mL larutan standar tetrasiklin dengan konsentrasi optimum dengan pH yang berbeda 3 ; 5 ; 7 ; 9 dan 11 menggunakan larutan HCl 0,1 M atau larutan NaOH 0,1 M. Selanjutnya, campuran *distirrer* selama 30 menit. Setelah itu, campuran dipisahkan menggunakan batangan magnet. Larutan yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 269 nm.

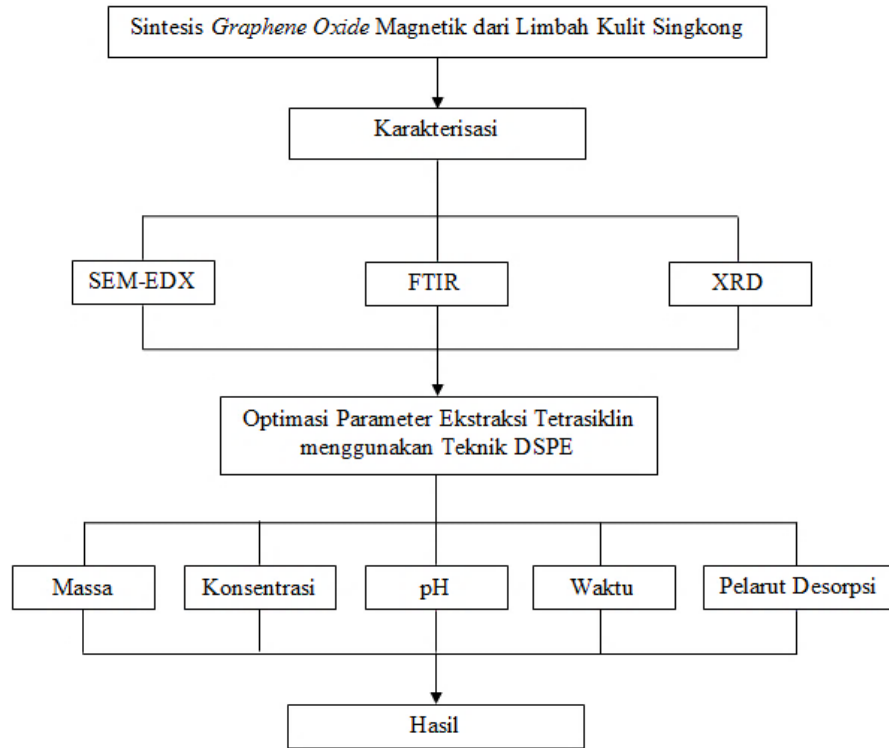
3.3.5.4 Penentuan Waktu Optimum

Ditimbang *graphene oxide* magnetik dengan massa optimum, dimasukkan ke dalam masing-masing gelas *beaker* dan ditambahkan 20 mL larutan standar tetrasiklin dengan konsentrasi dan pH optimum. Selanjutnya, campuran *distirrer* dengan waktu yang berbeda 30 ; 60 ; 90 dan 120 menit. Setelah itu, campuran dipisahkan menggunakan batangan magnet. Larutan yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 269 nm.

3.3.5.5 Penentuan Pelarut Desorpsi Optimum

Graphene oxide magnetik dengan massa optimum dimasukkan ke dalam 20 mL larutan standar antibiotik tetrasiklin dengan konsentrasi dan pH optimum. Selanjutnya, campuran *distirrer* dengan waktu optimum. Setelah itu, campuran dipisahkan menggunakan batangan magnet dan disaring menggunakan kertas saring, endapan yang dihasilkan dielusi menggunakan pelarut metanol dan etanol. Selanjutnya, dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 269 nm.

Diagram alir dari penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 10.



Gambar 10. Diagram alir penelitian

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Sintesis *graphene oxide* magnetik telah berhasil dilakukan dengan hasil berupa serbuk berwarna hitam dan dibuktikan dengan hasil karakterisasi menggunakan XRD, FTIR dan SEM-EDX.
2. *Graphene oxide* magnetik telah berhasil dikarakterisasi menggunakan XRD didapatkan puncak 30,06 ; 35,53 ; 43,08 ; 56,97 dan 62,48 ° pada daerah 2θ , menggunakan FTIR didapatkan bilangan gelombang 586 cm^{-1} dan menggunakan SEM-EDX didapatkan permukaan *graphene oxide* magnetik yang terlapisi oleh partikel-partikel kecil dan terdapat unsur Fe.
3. Adsorpsi dengan kondisi optimum dari semua parameter yang digunakan yaitu massa sebesar 5 mg, konsentrasi 5 ppm, pH 11, waktu selama 90 menit dan pelarut desorpsinya yaitu metanol.

5.2 Saran

Melakukan karakterisasi ulang pada adsorben yang berpotensi digunakan kembali untuk adsorpsi tetrasiklin, sehingga dapat diketahui morfologi dan unsur-unsur dari adsorben tersebut, apakah adsorben yang akan digunakan kembali layak untuk dipakai atau tidak.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahuja, S., dan Dong, M. W. 2005. Handbook of Pharmaceutical Analysis by HPLC, *Elsevier*. Inc: United Kingdom.
- Ain, Q. U., Farooq, M. U., and Jalees, M. I. 2020. Application of Magnetic Graphene Oxide for Water Purification: Heavy Metals Removal and Disinfection. *Journal of Water Process Engineering*. 33. 101044.
- Akhavan, O., Bijanzad, K., and Mirsepah, A. 2014. Synthesis of graphene from natural and industrial carbonaceous wastes, *RSC Advances*. 4(39): 20441–20448.
- Anastassiades, M., Lehotay, S. J., Štajnbaher, D., and Schenck, F. J. 2003. Fast And Easy Multiresidue Method Employing Acetonitrile Extraction/Partitioning And “Dispersive Solid-Phase Extraction” For The Determination Of Pesticide Residues In Produce. *Journal of AOAC International*. 86(2): 412–431.
- Aniza, S. N., Andini, A., and Lestari, I. 2019. Analisis Residu Antibiotik Tetrasiklin pada Daging Ayam Broiler dan Daging Sapi. *Jurnal SainHealth*. 3(2): 22.
- Arabsorkhia, B. and Sereshtib, H. 2018. Determination of tetracycline and cefotaxime residues in honey by microsolid phase extraction based on electrospun nanofibers coupled with HPLC. *Microchemical Journal*. 140: 241-247.
- Badan Pusat Statistik. 2018. Tanaman Ubi Kayu Per-Provinsi. Badan Pusat Statistik. Jakarta.
- Bunaciu, A. A., Hoang, V. D., and Aboul-Enein, H. Y. 2014. Applications of FTIR Spectrophotometry in Cancer Diagnostics. *Critical Review in Analytical Chemistry*. 1–34.

- Büyüktiryaki, S., Keçili, R., and Hussain, C. M. 2020. Functionalized Nanomaterials In Dispersive Solid Phase Extraction: Advances and Prospects. *Trends in Analytical Chemistry*, 127, 1–6.
- Cahyana, A., Marzuki, A., and Carl. 2014. Analisa SEM (Scanning Electron Microscope) pada Kaca TZN yang dikristalkan Sebagian. *Prosiding Mathematics and Sciences Forum 2014*. 23–26.
- Cahyana, G. H., Gumilar, G., and Mulyani, T. 2021. Pengolahan Air Limbah Betalaktam Menggunakan Reagen Kaporit, PAC, dan Alum Sulfat. *Jurnal Serambi Engineering*. VI(3): 2066 – 2067.
- Cairns, D. 2009. Essentials of Pharmaceutical Chemistry Second Edition. Penerjemah: Puspita Rini. Penerbit Buku Kedokteran EGC. Jakarta.
- Cherlet, M., De, B. S., and De, P. 2003. Quantitative Analysis Of Oxytetracycline and Its 4-Epimer in Calf Tissues by High-Performance Liquid Chromatography Combined with Positive Electrospray Ionization Mass Spectrometry. *Jurnal Analyst*. 128(7): 871–878.
- Choirunnisa, S., Wuryanto, M. A., Kusariana, N., dan Dian, L. 2019. Survei Kandungan Residu Oksitetrasiklin Pada Hati Ayam Yang Dijual di Pasar Tradisional Kecamatan Banyumanik Kota Semarang. *Jurnal Kesehatan Masyarakat*. 7(4): 447–453.
- Cvetković, J. S., Mitić, V. D., Jovanović, V. P. S., Dimitrijević, M. V., and Stojanović, G. S. 2016. The Evaluation of Different Sorbents and Solvent Mixtures in PAH Sample Preparation for GC/GC-MS Analysis. *Advanced Technologies*. 5(1): 31–38.
- Debbarma, J., Naik, M. J. P., and Saha, M. 2019. From agrowaste to graphene nanosheets: chemistry and synthesis, Fullerenes Nanotubes and Carbon Nanostructures, 27(6), pp. 482–485.
- Dewi, K. 2020. *Sintesis Dan Karakterisasi Natural Graphite Dan Graphite Oxide (GO) dari Limbah Tongkol Jagung*. Skripsi. Universitas Pertamina. Jakarta
- Dirga, D., Khairunnisa, S. M., Akhmad, A. D., Setyawan, I. A., dan Pratama, A. 2021. Evaluasi Penggunaan Antibiotik pada Pasien Rawat Inap di Bangsal Penyakit Dalam RSUD. Dr. H. Abdul Moeloek Provinsi Lampung. *Jurnal Kefarmasian Indonesia*, 11(1): 65–75.

- Dung, K. T. D., Hai, H. T., and Long, D. B. 2009. Preparation and characterization of Magnetic nanoparticles with chitosan coating. *Journal of Physics ; Conference Series* 187 Vietnam.
- Filho, N. C, Venancia E. C, Bariquello M. F, Hechenleither A. W., and Pireda E. A. G. 2007. Methylene Blue Adsorption Onto Modified Lignin From Sugar Cane Bagase (*Ecletica quinica*). Vol.32(4):63-70.
- Griffin, M. O., Fricovsky, E., Ceballos, G. and Villareal, F. 2010. Tetracycline a Pleiotropic Family of Compound with Promising Theurapeutic Properties. Review of the Literature. *Am Jurnal Physiol Cell Physiol*. 299: 59, 548.
- Hardiansyah, A., Rahimi, E., and Idzni, F. 2017. Magnetic Reduced Graphene Oxide As Advanced Materials For Adsorption Of Metal Ions, 185–189.
- Hasrianti. 2012. Adsorpsi Ion Cd^{2+} dan Cr^{6+} pada Limbah Cair Menggunakan Kulit Singkong. *Tesis*. Program Pascasarjana Universitas Hasanuddin. Makassar.
- He, Y., Yi, C., Zhang, X., Zhao, W., and Yu, D. 2021. Magnetic graphene oxide: Synthesis approaches, physicochemical characteristics, and biomedical applications. *TrAC - Trends in Analytical Chemistry*, 136.
- Hook, J. R., and Hall, H. E. 1991. *Solid State Physics 2nd Edition*. Jhon Willey and Son. Chicester.
- Humaida, R. 2014. Strategy to Handle Resistance of Antibiotics. *Journal Majority*, 3(7): 115.
- Islas, G., Ibarra, I. S., Hernandez, P., Miranda, J. M., and Cepeda, A. 2017. Dispersive Solid Phase Extraction for the Analysis of Veterinary Drugs Applied to Food Samples: A Review. *International Journal of Analytical Chemistry*.
- Kasih, Y. O. 2019. Studi Karbon Aktif Magnetik dari Limbah Kulit Singkong (*Manihot Utilissima*) sebagai Adsorben untuk Menentukan Senyawa Antibiotik Tetrasiklin di Perairan. Skripsi. Universitas Lampung. Lampung.
- Khopkar, S. M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Ul press. Jakarta.

- Lambropoulou, D. A., and Albanis, T. A. 2007. Methods of sample preparation for determination of pesticide residues in food matrices by chromatography-mass spectrometry-based techniques: A review', *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 389(6): 1663–1683.
- Landiana, E. L., dan Arkilaus, S. 2016. Pemanfaatan Kulit Singkong. Sebagai Bahan Baku Karbon Aktif. *Jurnal Ilmu Pendidikan Fisika*. 1(1): 32-36.
- Li, W., Jian, W., and Fu, Y. 2019. Basic Sample Preparation Techniques in LC-MS Bioanalysis. *Book*. By John Wiley & Sons, Inc.
- Lubis, K. 2015. Manajemen Sumber Daya Manusia. *Jurnal Pengabdian Kepada Masyarakat*, 21(79): 50–55.
- Lou, J., Xu, X., Gao, Y., Zheng, D., Wang, J., and Li, Z. 2016. Preparation Of Magnetic Activated Carbon From Waste Rice Husk For Determination Of Tetracycline Antibiotics In Water Samples. *RSC Advances*. 6, 112166–112174.
- Martinez, J. L. 2009. The Role Of Natural Environments In The Evolution Of Resistance Traits In Pathogenic Bacteria. *Proceedings of the Royal Society B: Biological Sciences*. 276(1667): 2521–2530.
- Maulinda, L., Za, N., dan Sari, D. N. 2015. Pemanfaatan Kulit Singkong sebagai Bahan Baku Karbon Aktif . *Jurnal Teknologi Kimia Unimal*. 2(4): 11–19.
- Moros, J., Garrigues, S., and Guardia, M. D. 2010. Vibrational Spectroscopy Provides A Green Tool For Multi-Component Analysis. *Trends in Analytical Chemistry*. Elsevier Ltd, 29(7): 578–591.
- Mudasir dan Candra, M. 2008. *Spektrometri*. FMIPA UGM. Yogyakarta.
- Mulja, M., dan Suharman. 1995. *Analisis Instrumen*. Airlangga University Press. Surabaya.
- Nazarudin. 2014. *Introduction to Scanning Electron Microscopy and Transmission Electron Microscopy*. (Thesis). University of Jambi. Jambi.

- Neolaka, Y. A. B., Lawa, Y., Naat, J. N., Riwu, A. A. P., Iqbal, M., Darmokoesoemo, H., and Kusuma, H. S. 2020. The adsorption of Cr(VI) from water samples using graphene oxide-magnetic (GO-Fe₃O₄) synthesized from natural cellulose-based graphite (kusambi wood or *Schleichera oleosa*): Study of kinetics, isotherms and thermodynamics. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(3): 3–7.
- Pambayun, G. S., Yulianto, R. Y. E., Rachimoellah, M., and Putri, E. M. M. 2013. Pembuatan Karbon Aktif dari Arang Tempurung Kelapa dengan Aktivator ZnCl₂ dan Na₂CO₃ sebagai Adsorben untuk Mengurangkan Kadar Fenol dalam Air Limbah. *Jurnal Teknik Pomits*. 2(1): 116-120.
- Pavlović, D. M., Sandra, B., Alka, J. M. H., and Marija, K. 2007. Sample Preparation in Analysis of Pharmaceuticals. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* 26(11): 1062–75.
- Pawestri, W., Donny S., G., Hakimah, N., dan Yudhabuntara, D. 2019. Deteksi Kejadian Residu Tetrasiklin pada Daging Ikan Nila di Kota Yogyakarta dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT). *Jurnal Sain Veteriner*. 37(2): 185–192.
- Permatasari, A. R., Khasanah, L. U., and Widowati, E. 2014. Karakterisasi Karbon Aktif Kulit Singkong (*Manihot utilissima*.) dengan Variasi Jenis Aktivator. *Jurnal Teknologi Hasil Pertanian*, VII(2): 70–75.
- Raghu, M. S., Yogesh, K. K., Prashanth, M. K., Prasanna, B. P., Vinuth, R., and Pradeep, K. C. B. 2017. Adsorption and Antimicrobial Studies of Chemically Bonded Magnetic Graphene Oxide-Fe₃O₄ Nanocomposite for Water Purification. *J. Water Process Eng.* 17: 22-31.
- Ravulapalli, S., and Ravindhranath, K. 2018. Removal of lead (II) from wastewater using active carbon of *Caryota urens* seeds and its embedded calcium alginate beads as adsorbents. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 6(4): 4298–4309.
- Rinawati., Sidabalok, C. P. P., Supriyato, R., Kiswandono, A. A., and Hidayat, D. 2019. Fungsionalisasi Silika Sekam Padi dengan Difenilamin untuk Adsorpsi Polisiklik Aromatik Hidrokarbon (Phenantrena). *Analytical And Environmental Chemistry*. 4(1): 51-64.

- Rodríguez, B. S., Herrera, A. V., Ramos, M. A., and Borges, J. H. 2015. Analytical Separation Science, First Edition. In *Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA*.
- Rohman. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta.
- Rohman, A., Man, Y. B. C. and Yusof, F. M. 2014. The Use of FTIR Spectroscopy and Chemometrics for Rapid Authentication of Extra Virgin Olive Oil, 207–213.
- Royal, S. A. 2010. Graphene Scientific Background on the Nobel Prize in Physics 2010. The Royal Swedish Academy of Sciences 50005: 0–10.
- Rukmana, R. 1997. *Ubi Kayu Budi daya dan Paska Panen*. Kanisius. Yogyakarta.
- Sammaiah, A., Huang, W., and Wang, X. 2018. Synthesis of Magnetic Fe₃O₄/Graphene Oxide Nanocomposites and Their Tribological Properties Under Magnetic Field. *Materials Research Express*, 5(10): 1–10.
- Sastrohamidjojo, H. 2001. *Spektroskopi*. Liberty. Yogyakarta.
- Sawyer, C. N., McCarty, P. L. Parkin., and Gene, F. 1994. *Chemistry for Environmental Engineering*, 4th edition, McGraw-Hill. New York.
- Schunack, W., Mayer, K., and Haake, M. 1990. *Senyawa Obat*, diterjemahkan oleh bagian farmakologi FK UNAIR, Edisi II, 187, Gadjah Mada.
- Schwertmann, U., and Cornell, R. M. 2000. *Iron Oxides In Laboratory: Preparation and Characterization*. John Wiley and Sons. Inc. New York.
- Scigalski, P., and Kosobucki, P. 2020. Review: Recent Materials Developed for Dispersive Solid Phase Extraction. *Molecules*. 25(4869): 1–26.
- Shi, L., Yan, Z., Xiaodong, Z., Haijia, S., and Tianwei, T. 2008. Antibacterial and Anti-Mildew Behavior of Chitosan/Nano-TiO₂ Composite Emulsion. *Korean Journal of Chemical Engineering* 25(6): 1434–38.
- Smallman, R. E. 1999. *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material*. Penerbit Erlangga. Jakarta.

- Soedarsono and Syahputra, B. 2005. Pengolahan Air Limbah Batik dengan Proses Kombinasi Elektrokimia, Filtrasi dan Adsorpsi. *Jurnal Teknik Lingkungan*. Universitas Sultan Agung. Semarang.
- Song, X., Zhou, T., Li, J., Su, Y., Xie, J., and He, L. 2018. Determination of macrolide antibiotics residues in pork using molecularly imprinted dispersive solid-phase extraction coupled with LC–MS/MS. *Journal of Separation Science*, 41(5): 1138–1148.
- Suhaeri, A., Maryono, and Side, S. 2014. Kapasitas Adsorpsi Arang Aktif Kulit Singkong Terhadap Ion Cr^{6+} . *Jurnal Chemica*, 15(2): 95–104.
- Sulaiman, F., Septiani, M., Aliyasih, S., and Huda, N. 2019. Effectiveness of a Cassava Peel Adsorbent on the Absorption of Copper (Cu^{2+}) and Zinc (Zn^{2+}) Metal Ions. *International Journal of Advance Science Engineering*, 9(4), 1296–1301.
- Suprabawati, A., Holiyah, N. W., and Jasmansyah, J. 2018. Activated Carbon from Cassava Peel as Adsorbent of Lead Metal (Pb^{2+}) in the Water. *Jurnal Kartika Kimia*, 1(1): 21–28.
- Tjay, T. H., dan Rahardja, K. 2007. *Obat-Obat Penting Khasiat, Penggunaan, dan Efek-Efek Sampingnya Edisi VI*. PT Elex Media Komputindo. Jakarta.
- Tong, L., Li, P., Wang, Y., and Zhu, K. 2009. Analysis of veterinary antibiotic residues in swine wastewater and environmental water samples using optimized SPE-LC/MS/MS. *Chemosphere*, 74(8): 1090–1097.
- Triyati, E. 1985. *Spektrofotometer Ultra-Violet dan Sinar Tampak Serta Aplikasinya dalam Oseanologi*. Oseanografi Lipi. Jakarta.
- Van Boeckel, T. P., Gandra, S., Ashok, A., Caudron, Q., Grenfell, B. T., Levin, S. A., & Laxminarayan, R. 2014. Global antibiotic consumption 2000 to 2010: An analysis of national pharmaceutical sales data. *The Lancet Infectious Diseases*. 14(8): 742–750.
- Vlachos, N., Skopetilis, Y., Psaroudaki M., Konstantinidou V., Chatzilazarou A., and Tegou, E. 2006. Applications of Fourier Transform Infrared Spectroscopy to Edible Oils. *Analytica Chimica Acta*. 573: 459-465.

- Wang, X., Liu, Z., Ying, Z., Huo, M., and Yang, W. 2018. Adsorption of Trace Estrogens in Ultrapure and Wastewater Treatment Plant Effluent by Magnetic Graphene Oxide. *Int. J. Environ. Res. Public Health*, 15: 1454.
- Wang, J., Tsuzuki, T., Tang, B., Hou, X., Sun, L., and Wang, X. 2012. Reduced graphene oxide/ZnO composite: Reusable adsorbent for pollutant management. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 4(6): 3084–3090.
- Wellington, E. M. H., Boxall, A. B. A., Cross, P., Feil, E. J., Gaze, W. H., Hawkey, P. M., Johnson, A. S., Jones, D. L., Lee, N. M., Otten, W., Thomas, C. M., and Williams, A. P. 2013. The role of the natural environment in the emergence of antibiotic resistance in Gram-negative bacteria. *The Lancet Infectious Diseases*. 13(2):155–165.
- Widiyanti, F. D. 2020. Kajian Metode Preparasi Sampel Dan Deteksi Karbamazepin Dan Karbamazepin-10,11-Epoksida Dalam Cairan Hayati Menggunakan KCKT. *Skripsi*. Universitas Islam Indonesia. Yogyakarta.
- Yu, B., Bai, Y., Ming, Z., Yang, H., Chen, L., Hu, X., Feng, S., and Yang, T. S., 2017. Adsorption behaviors of tetracycline on magnetic graphene oxide sponge. *Journal Matchemphys*. 5: 42.
- Yuningsih. T. B., Murdiarti., dan S. Juariah. 2004. Keberadaan Residu Antibiotika Tilosin (Golongan Makrolida) dalam Daging Ayam Asal Daerah Sukabumi, Bogor, dan Tangerang. Seminar nasional teknologi peternakan dan veteriner. Bogor.
- Yuwono, M., dan Indrayanto, G. 2005. Validation of Chromatographic Methods of Analysis. Profiles of Drug Substances, *Exipients and Related Methodology*. 32: 243-259.
- Zhang, C. C. 2007. *Fundamentals of Environmental Sampling and Analysis*. John Wiley & Sons, Inc. New Jersey.